

Japanese Patent Laid-open Publication  
JP-A 10-045917  
PRODUCTION OF CELLULOSE ACETATE  
SOLUTION

5 Laid open to public: 17 February 1998  
Appl. No. 8-216771  
Filed: 30 July 1996  
Applicant(s): Fuji Photo Film Co. Ltd.  
10 Inventor(s): K. Katai, H. Yamazaki and T.  
Tsujimoto

See the patent abstract attached hereto.

Partial translation

Page 5, left column, lines 32-37

The cellulose acetate solution is cast on a support.  
15 The solvent is evaporated to form film. It is preferable  
that the solution before being cast is adjusted in its  
density to set the solid content at 18-35 %. A surface of  
the support can be preferably finished in a mirror surface  
state. The support in use may be a drum or a band.

20 Page 5, right column, lines 3-11

The cellulose acetate solution can be preferably cast  
on the support with surface temperature of 10°C or lower.  
After the casting, the solution can be preferably dried by  
blowing of gas for two or more seconds. The film being  
25 formed is stripped from the support, and can be dried by  
high-temperature gas of which the temperature may be  
changed consecutively from 100°C to 160°C, to evaporate the  
residual solvent. JP-B 5-017844 discloses this method.  
According to this, it is possible to shorten the time from  
30 the casting to the stripping.

Relation of claim 1 of the application to the document

The document discloses production of solution of  
compounds, and also the use of solution casting to form  
polymer film. However, specifics of the solution casting  
35 are according to well-known techniques still earlier than

the date of the document. Nothing in the document suggests managing of the support used in the solution casting at remarkably low temperature according to the feature of the claim.

5       Relation of claims 18, 22 and 27 of the application to the document

In the document, specifics of the solution casting are according to well-known techniques still earlier than the date of the document. Nothing in the document suggests  
10 flow of gas for the purpose of prevention of influence of gasification of solvent according to the feature of the claims.

Relation of claim 25 of the application to the document

15       In the document, specifics of the solution casting are according to well-known techniques still earlier than the date of the document. Nothing in the document suggests withdrawal of the condensed solvent for the purpose of prevention of influence of gasified solvent according to  
20 the feature of the claim.

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 10-045917

(43)Date of publication of application : 17.02.1998

(51)Int.Cl.

C08J 3/09  
// C08L 1:00

(21)Application number : 08-216771

(71)Applicant : FUJI PHOTO FILM CO LTD

(22)Date of filing : 30.07.1996

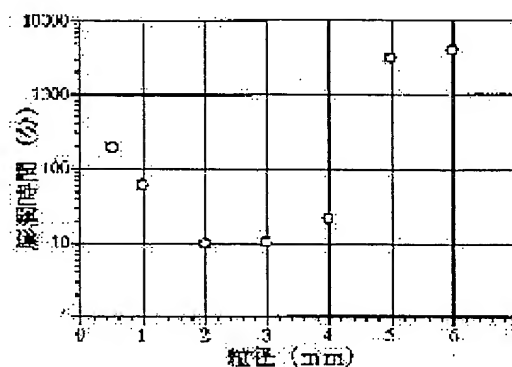
(72)Inventor : KATAI KOSUKE  
YAMAZAKI HIDEKAZU  
TSUJIMOTO TADAHIRO

## (54) PRODUCTION OF CELLULOSE ACETATE SOLUTION

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To efficiently produce a stable cellulose acetate solution by a cooling and dissolution method.

SOLUTION: This cellulose acetate solution is produced by mixing a cellulose acetate having an average degree of acetylation of 58.0 to 62.5% with a solvent containing at least 50wt.% methyl acetate to swell the cellulose acetate with the solvent, cooling the swollen mixture to  $-100$  to  $-10^{\circ}$  C, and heating the cooled swollen mixture to  $0$  to  $120^{\circ}$  C to dissolve the cellulose acetate in the solvent. The cellulose acetate used comprises particles at least 90wt.% of which have a particle diameter of  $0.1$ – $4$ mm.



## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

03.08.1998

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3177170

[Date of registration]

06.04.2001

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

(19)日本国特許庁 (J P)

(12) 公 開 特 許 公 報 (A)

(11)特許出願公開番号

特開平10-45917

(43)公開日 平成10年(1998)2月17日

(51)Int.Cl. <sup>6</sup>	識別記号	庁内整理番号	F I	技術表示箇所
C 0 8 J 3/09	C E P		C 0 8 J 3/09	C E P
// C 0 8 L 1:00				

審査請求 未請求 請求項の数5 F D (全 6 頁)

(21)出願番号 特願平8-216771

(22)出願日 平成8年(1996)7月30日

(71)出願人 000005201

富士写真フイルム株式会社

神奈川県南足柄市中沼210番地

(72)発明者 片井 幸祐

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(72)発明者 山崎 英数

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真  
フイルム株式会社内

(72)発明者 辻本 忠宏

神奈川県南足柄市中沼210番地 富士写真  
フイルム株式会社内

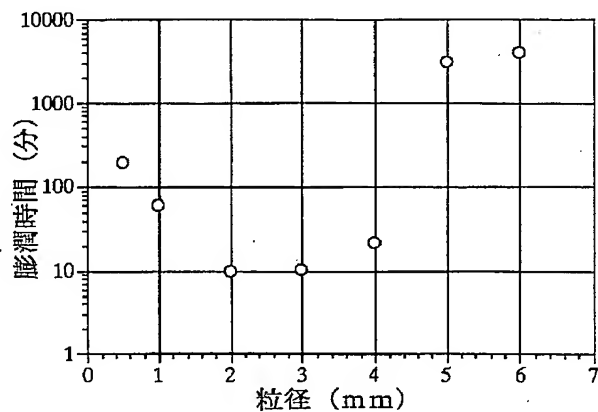
(74)代理人 弁理士 柳川 泰男

(54)【発明の名称】 セルロースアセテート溶液の製造方法

(57)【要約】

【課題】 安定なセルロースアセテート溶液を、冷却溶解法により効率良く製造する。

【解決手段】 58.0乃至62.5%の平均酢化度を有するセルロースアセテートと、酢酸メチルを50重量%以上含む溶媒とを混合し、セルロースアセテートを溶媒により膨潤させる工程；膨潤混合物を-100乃至-10℃に冷却する工程；そして冷却した膨潤混合物を0乃至120℃に加温して、溶媒中にセルロースアセテートを溶解させる工程からなるセルロースアセテート溶液の製造方法において、90重量%以上が0.1乃至4mmの粒子径を有するセルロースアセテートの粒子を用いる。



## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 58.0乃至62.5%の平均酢化度を有するセルロースアセテートと、酢酸メチルを50重量%以上含む溶媒とを混合し、セルロースアセテートを溶媒により膨潤させる工程；膨潤混合物を-100乃至-10℃に冷却する工程；そして冷却した膨潤混合物を0乃至120℃に加温して、溶媒中にセルロースアセテートを溶解させる工程からなるセルロースアセテート溶液の製造方法であって、

上記膨潤工程において、セルロースアセテートの粒子を用い、該粒子の90重量%以上が0.1乃至4mmの粒子径を有することを特徴とするセルロースアセテート溶液の製造方法。

【請求項2】 さらに、セルロースアセテートの粒子の50重量%以上が2乃至3mmの粒子径を有する請求項1に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

【請求項3】 -10乃至55℃の温度で膨潤工程を実施する請求項1に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

【請求項4】 セルロースアセテートの量が、混合物全体の5乃至30重量%である請求項1に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

【請求項5】 膨潤工程において、セルロースアセテートと溶媒との混合物を1乃至180分攪拌する請求項1に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

## 【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、セルロースアセテート溶液の製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】セルロースアセテート、特に58.0乃至62.5%の平均酢化度を有するセルロースアセテート（一般にセルローストリアセテートに分類されるもの）は、その強靱性と難燃性から様々な分野で使用されている。セルロースアセテートフィルムは、代表的な写真感光材料の支持体である。また、セルロースアセテートフィルムは、その光学的等方性から、近年市場の拡大している液晶表示装置にも用いられている。液晶表示装置における具体的な用途としては、偏光板の保護フィルムおよびカラーフィルターが代表的である。セルロースアセテートフィルムは、一般にソルベントキャスト法またはメルトキャスト法により製造する。ソルベントキャスト法では、セルロースアセテートを溶媒中に溶解した溶液（ドープ）を支持体上に流延し、溶媒を蒸発させてフィルムを形成する。メルトキャスト法では、セルロースアセテートを加熱により熔融したものを支持体上に流延し、冷却してフィルムを形成する。ソルベントキャスト法の方が、メルトキャスト法よりも平面性の高い良好なフィルムを製造することができる。このため、実用的には、ソルベントキャスト法の方が普通に用いられてい

る。

【0003】セルロースアセテート溶液に用いる溶媒は、セルロースアセテートを必要とされる濃度に溶解できる液体である。使用する溶媒には、安全性や蒸発させるために適度の沸点も要求される。特に近年では、溶媒に対して、人体や環境に関する安全性が強く要求されている。このため、セルロースアセテートを溶解できる液体からこれらの要求を満足する溶媒を選択しようとしても、適当な溶媒が見当たらないような状況が生じている。セルローストリアセテートについては、メチレンクロリドが溶媒として従来から使用されていた。ところが、メチレンクロリドは、人体や地球環境に対する問題から、その使用は著しく規制される方向にある。汎用の有機溶剤であるアセトンは、適度の沸点（沸点：56℃）を有し、人体や地球環境に対しても、他の有機溶媒に比べて問題が少ない。しかし、58.0乃至62.5%の平均酢化度を有するセルロースアセテートは、アセトンにより膨潤するが、通常の方法でアセトンに溶解させることはできなかった。

【0004】J. M. G. Cowie他の論文、Makromol, Chem.、143巻、105頁（1971年）は、置換度2.80（酢化度60.1%）から置換度2.90（酢化度61.3%）のセルロースアセテートを、アセトン中で-80℃から-70℃に冷却した後、加温することにより、アセトン中にセルロースアセテートが0.5乃至5重量%に溶解している希薄溶液が得られたことを報告している。以下、このようにセルロースアセテートと溶媒との混合物を冷却した後、加温することにより溶液を得る方法を「冷却溶解法」と称する。セルロースアセテートのアセトン中への溶解については、上出健二他の論文「三酢酸セルロースのアセトン溶液からの乾式紡糸」、繊維機械学会誌、34巻、57～61頁（1981年）にも記載がある。この論文は、その標題のように、冷却溶解法を紡糸方法の技術分野に適用したものである。論文では、得られる繊維の力学的性質、染色性や繊維の断面形状に留意しながら、冷却溶解法を検討している。この論文に記載の方法では、10乃至25重量%の濃度を有するセルロースアセテートの溶液が得られる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】以上のような冷却溶解法を用いて、セルロースアセテートがアセトン中に溶解している溶液を製造することが可能になった。しかし、セルロースアセテートがアセトン中に溶解している溶液は、安定性が乏しいとの問題がある。セルロースアセテート溶液の安定性は、セルロースアセテート製品を製造するための重要な条件である。本発明の目的は、冷却溶解法を改良し、安定なセルロースアセテート溶液を効率よく製造できる方法を提供することである。

【0006】

【課題を解決するための手段】本発明の目的は、下記(1)～(5)の方法により達成された。

(1) 58.0乃至62.5%の平均酢化度を有するセルロースアセテートと、酢酸メチルを50重量%以上含む溶媒とを混合し、セルロースアセテートを溶媒により膨潤させる工程；膨潤混合物を-100乃至-10℃に冷却する工程；そして冷却した膨潤混合物を0乃至120℃に加温して、溶媒中にセルロースアセテートを溶解させる工程からなるセルロースアセテート溶液の製造方法であって、上記膨潤工程において、セルロースアセテートの粒子を用い、該粒子の90重量%以上が0.1乃至4mmの粒子径を有することを特徴とするセルロースアセテート溶液の製造方法。

(2) さらに、セルロースアセテートの粒子の50重量%以上が2乃至3mmの粒子径を有する(1)に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

【0007】(3) -10乃至55℃の温度で膨潤工程を実施する(1)に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

(4) セルロースアセテートの量が、混合物全体の5乃至30重量%である(1)に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

(5) 膨潤工程において、セルロースアセテートと溶媒との混合物を1乃至180分攪拌する(1)に記載のセルロースアセテート溶液の製造方法。

【0008】

【発明の効果】本発明では、酢酸メチルを50重量%以上含む溶媒(酢酸メチル系溶媒)を、冷却溶解法で使用する。酢酸メチル系溶媒を用いると、安定なセルロースアセテート溶液を製造することができる。しかし、本発明者の研究により、セルロースアセテートを酢酸メチル系溶媒により膨潤させる工程は、非常に時間がかかり、効率が良くないことが判明した。膨潤に時間がかかると、生産性が著しく低下する。本発明者がさらに研究を進めたところ、膨潤工程において特定の粒子サイズ(具体的には0.1乃至4mm、好ましくは1乃至4mm)のセルロースアセテート粒子を使用すると、膨潤に要する時間を著しく短縮できることが判明した。0.1mm未満の粒子では、凝集(ダマ)が生じて、均一な分散が難しく、膨潤に時間がかかることがある。また、4mmを越える粒子では、粒子の中心部まで膨潤するために時間がかかる。本発明では、最適な粒子サイズを有するセルロースアセテート粒子を90重量%以上使用することで、膨潤時間を著しく短縮できる。以上の結果、本発明の方法により、安定なセルロースアセテート溶液を効率よく製造することができる。

【0009】

【発明の実施の形態】

【セルロースアセテート】本発明に用いるセルロースアセテートは、平均酢化度(アセチル化度)が58.0か

ら62.5%である。酢化度とは、セルロース単位重量当りの結合酢酸量を意味する。酢化度は、ASTM: D-817-91(セルロースアセテート等の試験方法)におけるアセチル化度の測定および計算に従う。本発明では、セルロースアセテート粒子を使用し、使用する粒子の90重量%以上が0.1乃至4mmの粒子径、好ましくは1乃至4mmを有する。また、好ましくは95重量%以上、より好ましくは97重量%以上、さらに好ましくは98重量%以上、最も好ましくは99重量%以上の粒子が0.1乃至4mmの粒子径を有する。

【0010】さらに、使用する粒子の50重量%以上が2乃至3mmの粒子径を有することが好ましい。より好ましくは70重量%以上、さらに好ましくは80重量%以上、最も好ましくは90重量%以上の粒子が2乃至3mmの粒子径を有する。セルロースアセテートの粒子径の分布状態は、篩いを用いて簡単に測定できる。すなわち、目が4mmの篩いを通り、目が0.1mmの篩いを通らない粒子が90重量%以上であれば、本発明の定義を満足する。また、篩いを用いて、粒子径の分布が広い市販のセルロースアセテート粒子から、0.1乃至4mmの粒子径を有する粒子を選択することもできる。セルロースアセテート粒子は、なるべく球形に近い形状を有することが好ましい。

【0011】【溶媒】本発明では、酢酸メチルを50重量%以上含む酢酸メチル系溶媒を使用する。溶媒中の酢酸メチルの割合は、60重量%以上であることが好ましく、70重量%以上であることがさらに好ましい。酢酸メチルのみ(100重量%)を溶媒として使用することもできる。他の溶媒と酢酸メチルとを併用することで、製造する溶液の性質(例えば、粘度)を調節してもよい。酢酸メチルと併用できる溶媒の例には、ケトン類(例、アセトン、メチルエチルケトン、シクロヘキサノン)、酢酸メチル以外のエステル類(例、メチルホルメート、エチルアセテート、アミルアセテート、ブチルアセテート)、エーテル類(例、ジオキサン、ジオキソラン、THF、ジエチルエーテル、メチル-tert-ブチルエーテル)、炭化水素(例、ベンゼン、トルエン、キシレン、ヘキサン)およびアルコール類(例、メタノール、エタノール)が含まれる。炭化水素およびアルコール類が特に好ましい。二種類以上の溶媒を、酢酸メチルと併用してもよい。

【0012】【膨潤工程】膨潤工程においては、セルロースアセテート粒子と溶媒とを混合し、セルロースアセテート粒子を溶媒により膨潤させる。膨潤工程の温度は、-10乃至55℃であることが好ましい。通常は室温で実施する。セルロースアセテートと溶媒との比率は、最終的に得られる溶液の濃度に応じて決定する。一般に、混合物中のセルロースアセテートの量は、5乃至30重量%であることが好ましく、8乃至20重量%であることがさらに好ましく、10乃至15重量%である

ことが最も好ましい。溶媒とセルロースアセテートとの混合物は、セルロースアセテートが十分に膨潤するまで攪拌することが好ましい。攪拌時間は、1乃至180分であることが好ましく、1乃至120分であることがさらに好ましい。膨潤工程において、溶媒とセルロースアセテート以外の成分、例えば、可塑剤、劣化防止剤、染料や紫外線吸収剤を添加してもよい。

【0013】[冷却工程] 冷却工程においては、膨潤混合物を-100乃至-10℃に冷却する。冷却温度は、膨潤混合物が固化する温度であることが好ましい。冷却速度は、1℃/分以上であることが好ましく、2℃/分以上であることがより好ましく、4℃/分以上であることがさらに好ましく、8℃/分以上であることが最も好ましい。冷却速度は、速いほど好ましいが、10000℃/秒が理論的な上限であり、1000℃秒が技術的な上限である。なお、冷却速度は、冷却を開始する時の温度と最終的な冷却温度との差を、冷却を開始してから最終的な冷却温度に達するまでの時間で割った値である。冷却工程においては、冷却時の結露による水分混入を避けるため、密閉容器を用いることが望ましい。また、冷却時に減圧すると、冷却時間を短縮することができる。減圧を実施するためには、耐圧性容器を用いることが望ましい。具体的な冷却手段としては、様々な方法または装置が採用できる。

【0014】例えば、膨潤混合物を攪拌しながら筒状の容器内を搬送し、その容器の周囲から膨潤混合物を冷却すると、迅速に且つ均一に膨潤混合物を冷却することができる。そのためには、筒状の容器、膨潤混合物を攪拌しながら筒状の容器内を搬送するため容器内に設けられている螺旋状の搬送機構、および容器内の膨潤混合物を冷却するため容器の周囲に設けられている冷却機構からなる冷却装置が好ましく用いられる。また、-105乃至-15℃に冷却した溶媒を膨潤混合物に添加して、さらに迅速に冷却することもできる。

【0015】さらに、-100乃至-10℃に冷却された液体中へ、膨潤混合物を直径が0.1乃至20.0mmの糸状に押し出すことにより膨潤混合物を冷却すること、さらに迅速に膨潤混合物を冷却することも可能である。冷却に使用する液体については、特に制限はない。冷却された液体中へ膨潤混合物を糸状に押し出すことにより膨潤混合物を冷却する方法を用いる場合、冷却工程と加温工程の間で、糸状の膨潤混合物と冷却用の液体とを分離する工程を行なうことが好ましい。冷却工程において、膨潤混合物が糸状にゲル化しているため、膨潤混合物と冷却用の液体とを分離は簡単に実施できる。例えば、網を用いて、糸状の膨潤混合物を液体から取り出すことが可能である。網の代わりに、スリットまたは穴の開いた板状物を用いてもよい。網や板状物の材料は、液体に溶解しない材質であれば、特に制限はない。網や板

状物は、各種金属や各種プラスチック材料から製造することができる。網の目の大きさ、スリットの中や穴の大きさは、糸状物の直径に応じて、糸状物が通過しないように調整する。また、糸状の膨潤混合物を冷却装置から加温装置へ搬送するためのベルトを網状にして、分離と搬送を同時に実施することもできる。

【0016】[加温工程] 加温工程においては、冷却した膨潤混合物を0乃至55℃に加温する。加温工程の最終温度は、通常は室温である。加温速度は、1℃/分以上であることが好ましく、2℃/分以上であることがより好ましく、4℃/分以上であることがさらに好ましく、8℃/分以上であることが最も好ましい。加温速度は、速いほど好ましいが、10000℃/秒が理論的な上限であり、1000℃秒が技術的な上限であり、そして100℃/秒が実用的な上限である。なお、加温速度は、加温を開始する時の温度と最終的な加温温度との差を、加温を開始してから最終的な加温温度に達するまでの時間で割った値である。加圧しながら加温すると、加温時間を短縮することができる。加圧を実施するためには、耐圧性容器を用いることが望ましい。なお、溶解が不充分である場合は、冷却工程から加温工程までを繰り返して実施してもよい。溶解が充分であるかどうかは、目視により溶液の外観を観察するだけで判断することができる。具体的な加温手段としては、様々な方法または装置が採用できる。

【0017】例えば、膨潤混合物を攪拌しながら筒状の容器内を搬送し、その容器の周囲から膨潤混合物を加温すると、迅速に且つ均一に膨潤混合物を加温することができる。そのためには、筒状の容器、膨潤混合物を攪拌しながら筒状の容器内を搬送するため容器内に設けられている螺旋状の搬送機構、および容器内の膨潤混合物を加温するため容器の周囲に設けられている加温機構からなる加温装置が好ましく用いられる。

【0018】また、0乃至55℃に加温された液体中へ、直径が0.1乃至20.0mmの糸状の膨潤混合物を入れることにより膨潤混合物を加温することで、さらに迅速に膨潤混合物を加温することも可能である。冷却工程において、膨潤混合物を糸状に押し出す方法を採用した場合は、その糸状の膨潤混合物を加温用の液体に投入すればよい。冷却工程を糸状押し出し以外の方法で実施した場合は、加温工程において冷却した膨潤混合物を加温用液体中へ糸状に押し出す。加温に使用する液体については、(加温温度において液体である物質を用いることは必要であるが)特に制限はない。前述した溶媒として使用できる液体が、加温用の液体として使用できる。なお、糸状押し出しを連続して実施する場合は、製造したセルロースアセテート溶液を次の膨潤混合物の加温用の液体として順次利用することができる。すなわち、製造し加温された状態のセルロースアセテート溶液中に、糸状の膨潤混合物を投入し、混合物を迅速に加温

してセルロースアセテート溶液を得る。

【0019】さらに、冷却した膨潤混合物を筒状の容器内に導入し、容器内で膨潤混合物の流れを複数に分割し、分割された混合物の流れの向きを容器内で回転させ、この分割と回転とを繰り返しながら、容器の周囲から膨潤混合物を加温することもできる。上記のように、物質の流れを分割および回転させる仕切りが設けられた容器は、一般に静止型の混合器として知られている。代表的な静止型混合器であるスタチックミキサー™（ケニックス社）では、物質の流れを二つに分割して右回りに180度回転させる右回りエレメントと、物質の流れを二つに分割して左回りに180度回転させる左回りエレメントとが、容器内で交互に90度ずらして配列されている。

【0020】さらにまた、溶媒が沸騰しないように調整された圧力下で、溶媒の沸点以上の温度まで膨潤混合物を加温してもよい。温度は、溶媒の種類に応じて決定するが一般に60乃至200℃である。圧力は、温度と溶媒の沸点との関係で決定するが、一般に1.2乃至20 kgw/cm<sup>2</sup> である。

【0021】〔溶液製造後の処理〕製造した溶液は、必要に応じて濃度の調整（濃縮または希釈）、汙過、温度調整、成分添加などの処理を実施することができる。添加する成分は、セルロースアセテート溶液の用途に応じて決定する。代表的な添加剤は、可塑剤、劣化防止剤（例、過酸化水素分解剤、ラジカル禁止剤、金属不活性化剤、酸捕捉剤）、染料および紫外線吸収剤である。得られたセルロースアセテート溶液は、様々な用途に用いられる。

【0022】〔セルロースアセテートフィルムの製造〕セルロースアセテート溶液の代表的な用途であるソルベントキャスト法による高分子フィルムの製造について説明する。セルロースアセテート溶液は、支持体上に流延し、溶媒を蒸発させてフィルムを形成する。流延前の溶液は、固形分量が18乃至35%となるように濃度を調整することが好ましい。支持体表面は、鏡面状態に仕上げておくことが好ましい。支持体としては、ドラムまたはバンドが用いられる。ソルベントキャスト法における流延および乾燥方法については、米国特許2336310号、同2367603号、同2492078号、同2492977号、同2492978号、同2607704号、同2739069号、同2739070号、英国特許640731号、同736892号の各明細書、特

公昭45-4554号、同49-5614号、特開昭60-176834号、同60-203430号、同62-115035号の各公報に記載がある。セルロースアセテート溶液は、表面温度が10℃以下の支持体上に流延することが好ましい。流延した後2秒以上風に当てて乾燥することが好ましい。得られたフィルムを支持体から剥ぎ取り、さらに100から160℃まで逐次温度を変えた高温風で乾燥して残留溶剤を蒸発させることもできる。以上の方法は、特公平5-17844号公報に記載がある。この方法によると、流延から剥ぎ取りまでの時間を短縮することが可能である。

【0023】

【実施例】

〔予備実験1〕酢化度が60.2%のセルローストリアセテートから、非常に均一な粒子径分布（実質的に同じ粒子サイズ）を有し、平均粒子径が0.5mm、1mm、2mm、3mm、4mm、5mm、6mmおよび7mmである粒子を、それぞれ製造した。セルローストリアセテート粒子15重量部と酢酸メチル85重量部を攪拌混合機に投入し、5分間攪拌した。その後、20℃にて一定時間静置した。粒子が全て膨潤するまでに必要な時間を測定した。結果を図1のグラフに示す。図1は、横軸を粒径（mm）、縦軸（自然対数値）を膨潤時間（分）として、測定結果をプロットしたグラフである。図1に示される結果から明らかなように、粒子径が1mm未満の粒子と4mmを越える粒子では、膨潤するために非常に長い時間が必要である。

【0024】〔実施例1〕酢化度が60.2%であり、99重量%以上の粒子が2乃至3μmの粒子径を有するセルローストリアセテート15重量部および酢酸メチル85重量部とを、攪拌混合機に投入し、5分間攪拌した。その後、20℃にて15分間静置したところ、粒子の全てが膨潤した。膨潤混合物を容器の外部から-50℃まで冷却し（冷却速度：5℃/分）、さらに容器の外部から50℃まで加温した（加温速度：5℃/分）。得られた溶液を観察し、透明で均一な溶液であることを確認した。

【0025】〔実施例2～8〕溶媒の処方を下記第1表に示すように変更した以外は、実施例1と同様にして、セルロースアセテート溶液を製造した。得られた溶液を観察したところ、いずれも透明で均一な溶液であった。

【表1】

第1表

実施例	溶液濃度	溶媒の処方 (溶媒総量に対する重量比)	冷却温度(℃)
1	15	酢酸メチル(100)	-50
2	30	酢酸メチル/エタノール(80/20)	-75



3	18	酢酸メチル／エタノール(80/20)	-45
4	17	酢酸メチル／エタノール／ブタノール(80/15/15)	-35
5	17	酢酸メチル／ブタノール／アセトン(75/20/5)	-35
6	17	酢酸メチル／エタノール／シクロヘキサン(80/15/5)	-35
7	17	酢酸メチル／エタノール／メタノール(80/18/2)	-35
8	17	酢酸メチル／エタノール／プロパノール(80/15/5)	-35

【図面の簡単な説明】

ある。

【図1】予備実験1の測定結果をプロットしたグラフで

【図1】

